# BEST AVAILABLE COPY

### ZECZPOSPOLITA **POLSKA**



PATENTOWY RP

## OPIS PATENTOWY 151 315

Patent dodatkowy do patentu nr -

Zgłoszono: 67 04 17

/P. 265243 /

Pierwszeństwo ----

Int. Cl.5 C07F 9/09 C11D 1/34

Zgłoszenie ogłoszono: 88 11 10

Opis patentowy opublikowano: 1991 02 28

Twórcy wynalezku: Alojzy Kłopotek, Beata Barbara Kłopotek

' Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawe /Polska/

## SPOSÓB WYTWARZANIA NOWYCH ZWIĄZKÓW POWIERZCHNIOWO CZYNNYCH

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych związków powierzchniowo czynnych o wzorze ogólnya [ R/CH2CHOHCH2O/ $_n$   $J_k$  PO/OH $_{3-k}$ , w którya k = 1 - 2, n = 1 - 100, M stanowi atom wodoru, atom atomu alkalicznego, grupę amonowę, kation mono-, di- lub trietanolomminy, netomiest R oznacza  $R_1$ -O-, gdzie  $R_1$  stenowi alkil  $C_1$  -  $C_{36}$ , hydrokayalkil  $C_8$  -  $C_{36}$ , alkiloeryl 6 8 do 42 stomach wegls, lub  $R_2$  = 0 =  $/C_mH_{2m}D/_z$ =, gdzie z = 1 = 50, m = 2 = 4, m  $R_2$ stanowi slkil  $C_1$  -  $C_{24}$  lub hydroksyslkil  $C_1$  -  $C_{24}$  lub slkilosryl o 7 - 42 stomach wegle, lub  $R_2 = 0 - /c_2H_4O/_{\Gamma} - /c_3H_6O/_{p}$ , gdzie r = 1 - 30, p = 1 - 40, a  $R_2$  me wyżej podene znaczenie, lub R3 - NH - , gdzie R3 stanowi alkil  $C_4$  -  $C_{36}$  lub hydrokevelkil  $C_4$  -  $C_{36}$ , lub R3- N =, gdzie  $R_3$  as wyżej podene znaczenie, lub  $R_3$  - NH -  $/C_8H_{28}O/_2$ -, gdzie  $R_3$ , z, m, seję wyżej podene znaczenie, lub  $R_3 - N \left[ / c_B H_{2B} O /_x - J_2$ , gdzie x = 1 - 25. a  $R_3$ , m maję wyżej podane znaczenie, lub R-COO- lub R3-CONH - lub R3 - CON = lub R3 - CONHCH2CH2O - lub R3-CONH/C2H4O/z - lub R3 -CON /CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O-/<sub>2</sub> lub R<sub>3</sub>-CON  $\mathcal{L}/\mathcal{C}_2$ H<sub>4</sub>O/<sub>x</sub> -  $\mathcal{J}_2$ , gdzie R<sub>3</sub>, x, z esję wyżej podene znaczenia. Zwięzki według wynalazku nie były dotychczas znane.

Z opisu petentowego nr 3 609 491 Republiki Federalnej Niemiec znane są związki o wzorze ogólnym  $CH_2 = C/R_1/CO_2CH_2CH/OH/CH_2OPO/OR/O-H+, gdzie R = el%il lub fluoroslkil, <math>R_1 = H_1CH_2$ H = H, metal alkaliczny, grupa sacnowa, alkilosmina lub eól elkanolosminy. Przykładowy sposób otrzymywania tych związków przedstawia się następujęco: na 700 g monofosforanu dodecylowego dzieżeno NeOK, aby otrzymać sól jednosodowę, na którę następnie dzieżeno 535 g metakrylenu glicydolu w temperaturze około  $70^{\circ}$ C w cięgu 20 godzin. Otrzymano 178 g zwięzku o wyżej podanym wzorze, w którym M = Ne, R = dodecyl,  $R_1$  =  $CH_3$ . Zwięzek ten poddano fotopolimeryzacji w wodzie, używając jako inicjatora eteru benzoinoizobutylowego. Otrzymany polimer wykazuje słabe własności powierzchniowo czynne.

Związki o wzorze ogólnym  $R_1R_2NCR / P/O / OH_2 J_2$ , gdzie R=H, metyl, etyl, fenyl,  $CH_2CH_2OH$  lub  $CH_2CO_2H$ ,  $R_1=H$ , metyl,  $/CH_2/_1$  OH,  $C_3H_7O_2$  lub  $C_3H_5O_3$ ,  $R_2=/CH_2/_1OH$ , znane są z holenderskiego opisu patentowego nr 7 602 477. Przykładowy spoeób otrzymywania tych związków jest następujący: na związak o wzorze  $H_2NCH / P/O / /OH_2 J_2$  dzisłano tlenkiem etylenu w obecności NaOH i otrzymano związak o wyżej podanym wzorze ogólnym, w którym R=H,  $R_1=H$  lub  $CH_2CH_2OH$ ,  $R_2=CH_2CH_2OH$ . Otrzymany produkt reskcji wykazuje własności kompleksujące, lecz nie wykazuje własności piorących i myjących. Ze wzglądu na swoją budową i własności nie może być zaliczony do związków powierzchniowo czynnych.

Z opisu patentowego nr 49 222 Europejskiego Urzędu Patentowego znane są zwięzki chemiczne o wzorze ogólnym [/RO/2P/S/SCH2CH/OH/CH2Z]nQ, w którym R stanowi węglowodorowy rcdnik aromatyczny lub alifatyczny C<sub>1</sub>-C<sub>22</sub>, który może być także podstawiony grupę hydroksylową lub chlorowcem, względnie przerywany mostkami O lub S, Z oznacza O<sub>2</sub>C.O lub /OCHR<sub>4</sub>CH<sub>2</sub>/m, gdzie R<sub>1</sub> = H lub CH<sub>3</sub>, m = O = 30, n = 2 = 4 w zależności od wartościowości Q, natomiast Q oznacza dwu-, trój-, lub czterowartościowy rodnik eromatyczny, aromatyczno-alifatyczny lub alifatyczny, który może być także podstawiony grupą hydroksylową, chlorowcem lub grupą metylową, względnie przerywany mostkami S, O lub NH, natomiast Q może stanowić = PO lub = PS, względnie dwuwartościowy rodnik haterocykliczny zawierający N. Należący do tej grupy związak o wzorze [/C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>CH/C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>/CH<sub>2</sub>O/<sub>2</sub>P/S/SCH<sub>2</sub>CH/OH/CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>J<sub>3</sub>= CC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, otrzymuje się przez działanie na związak o wzorze C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>CH/C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>/CH<sub>2</sub>OJ<sub>2</sub>P/S/SCH<sub>2</sub>CH/OH/CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>J<sub>3</sub>= CC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, otrzymuje się przez działanie na związak o wzorze C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>CH/C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>/CH<sub>2</sub>OJ<sub>2</sub>P/S/SCH<sub>2</sub>CH/OH/CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>J<sub>3</sub>= CC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, otrzymuje się przez działanie na związak o wzorze CH<sub>2</sub> - CHCH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>J<sub>3</sub> CC<sub>2</sub>H<sub>5</sub> w temperaturze 60°C w czasie dłuższym od 1,5 godziny. Następnie masą reakcyjnę miesza się jeszcze w temperaturze 60 – 90°C przez 2 godziny. Otrzymany w ten sposób związak może być stosowany jeko dodatek do olejów emerowych.

Sposób wytwarzania według wynalazku nowych związków powierzchniowo czynnych o wzorze ogólnym  $\left[R/\text{CH}_2\text{CHOHCH}_2\text{D}\right]_n J_k$  PO/OM/3-k, w którym k = 1 - 2, n = 1-100, M stanowi atom wodoru, atom metalu alkalicznego, grupę amonowę, kation mono-, di- lub trietanolosminy, natomiast R oznacza  $R_1$  - O -, gdzie  $R_1$  stanowi alkil  $C_1$  -  $C_{36}$ , hydroksyalkil  $C_8$  -  $C_{36}$ , alkilosryl o 8 - 42 etomach wegla, lub  $R_2 = 0 = /C_BH_{2B}O/z = 0$ , gdzie z = 1 = 50, m = 2 = 4, a  $R_2$  stanowi alkil  $C_1 = 0$  $C_{24}$  lub hydroksyalkil  $C_1$  - 24 lub alkiloaryl o 7 - 42 atomach wegla, lub  $R_2$  -0-/ $C_2$ H<sub>4</sub>0/ $_T$ - $/c_3H_6O/_p$ -, gdzie r = 1 - 30, p = 1 - 40, a  $R_2$  ma wyżej podane znaczenie, lub  $R_3$  - NH -, gdzie  $R_3$  stanowi alkil  $C_4$  -  $C_{36}$  lub hydrokeyalkil  $C_4$  -  $C_{36}$ , lub  $R_3$  - N », gdzie  $R_3$  me wyżej podane znaczenie, lub  $R_3$  - NH -  $/C_m H_{Zm} O/z^-$ , gdzie  $R_3$ , z, m mają wyżej podane znaczenie, lub  $R_3$  - N  $[/c_{\rm B}H_{\rm 2B}O/_{\rm X}J_{\rm 2}]$ , gdzie x = 1 - 25, a R<sub>3</sub>, m, mają wyżej podane znaczenie, lub R<sub>3</sub> - COO - lub  $R_3$  - CONH - 1ub  $R_3$  - CON = 1ub  $R_3$  - CONHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O - 1ub  $R_3$  - CONH/C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O/<sub>2</sub> - 1ub  $R_3$ CON/CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O/<sub>2</sub> lub  $R_3$  - CON [/C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O/<sub>x</sub>-  $J_2$ , gdzie  $R_3$ , x, z maję wyżej podane znaczenie, polega na tym, że w środowisku bezwodnym i bez rozpuszczalnika organicznego lub w obojętnym rozpuszczalniku organicznym na związki o wzorze ogólnym  $\mathsf{RH}_k$ , gdzie  $\mathsf{R}$ ,  $\mathsf{k}$  mają wyżej podane znaczenie, działa się w obecności lub bez obecności katalizatora 2,3-epoksypropanolem-1, następnie  $P_2O_5$  lub  $P_2O_5$  rozpuszczonym w  $H_3PO_4$ , a otrzymane estry kwasu fosforowego nie zobojętnia się lub neutralizuje się wodorotlenkiem metalu alkalicznego lub amonu, względnie mono-, di-lub trietanoloaminę. Jako katalizatory eteryfikacji, estryfikacji i poliaddycji glicydolu stosuje się kwasy lub zasady lub sole metali, natomiast jako katalizatory estryfikacji pięciotlenkiem fosforu w stanie wolnym lub rozpuszczonym w kwasie fosforowym stosuje się kwasy organiczne i nieorganiczne oraz monosikilofosforany. Jako rozpuszczalników obojętnych używa mię benzenu i jego pochodnych, węglowodorów alifatycznych o temperaturach wrzenie 363 - 423 K, ketonów i estrów.

Otrzymane według wynalezku nowe zwięzki powierzchniowo czynne ulegaje w roztworach wodnych dysocjacji na aniony hydrofobowo-hydrofilowe, decydujące o ich aktywności powierzchnio-wej i dlatego zwięzki te należę do grupy anionowych zwięzków powierzchniowo czynnych. Ich własności fizykochemiczne i użytkowe zależę od ich budowy chemicznej, a szczególnie od wzajemnego stosunku reszty hydrofobowej do grup hydrofilowych, tj. od współczynnika HLB. Zwięzki według wynalezku w roztworach wodnych silnie obniżaję napięcie powierzchniowe na granicy

151 315

granicy fazy stałej i ciekłej oraz na granicy trzech faz dając niskie wartości kąte granicznego, a więc berdzo dobrą zwilżalność cieł stałych. Związki wadług wynalazku charakteryzuję
się dobrysi własnościemi pioręcymi, myjącymi, kompleksującymi w stosunku do jonów metali
wywożujących tzw. twardości wody, inhibitującymi korozję, antyelektrostatycznymi, zmiękczającymi, emulgującymi, dyspergującymi, stabilizującymi w odniesieniu do nadtlenku wodoru,
ochronnymi i innymi.

Nowe zwięzki powierzchniowo czynne według wynalszku mogę być stosowane pojedyńczo lub w kompozycji z innymi substancjemi jako środki pioręce, myjęce, zwilżające, inhibitory korozji, sekwestranty, zmiękczecze wody i wyrobów włókienniczych, antyslektrostatyki, emulgatory, dyspergatory i wielofunkcyjne dodatki do innych środków, gdzie istotnę rolę odgrywają ich własności fizykochemiczne i cechy użytkowe.

Przedmiot wynalazku przedstawiono w poniższych przykładach wykonania.

Przykład I. Do reaktora kwasoodpornego wyposażonego w aieszedło mechaniczne, elementy grzewczo-chłodnicze, termometr, dozownik, chłodnicę zwrotnę i bełkotkę doprowadzające gaz obojętny /N<sub>2</sub> lub CO<sub>2</sub>/ wprowadza się 3 mole dokozanolu - 1. Zewartość reaktora w obecności szotu ogrzewa się do temperatury 358 - 363 K i mieszejęc dozuje się do niego w czasie 2 godzin 6 moli 2,3-epoksypropanolu-i, utrzymujęc temperaturę egzotermicznej reakcji w granicach nie-przekraczających 373 K. Po zakończeniu dozowania 2,3-epoksypropanolu-i /glicydolu/ zawartość reaktora miesza się jeszcze przez jedną godzinę, a następnie dozuje do niego w temperaturze 368 - 373 K i mol pięciotlenku fosforu, z takę szybkościę, aby kolejna porcja była wprowadzona dopiero po dokładnym wymieszeniu poprzedniej oraz aby temperatura reakcji nie przekraczała 393 K, co trwa około i godziny.

Po wprowedzeniu cełej ilości  $P_2O_8$ , przy włączonym mieszadle i przepływie azotu, proces syntezy estru kwesu fosforowego w temperaturze 373 – 383 K prowedzi się jeszcze przez 4 godziny. Po upływie tego czesu zawartość resktore chłodzi się do temperatury niższej od 323 K i dozuje stopniowo 3 mole NaOH w formie 45% wodnego roztworu. W wyniku przeprowadzonego procesu syntezy otrzymuje się z wydajnością ponad 96% i mol soli sodowej monoestru kwasu fosforowego o wzorze  $C_{22}H_{45}O$ .  $/CH_2CHOHCH_2O/_3$  PO  $/ONa/_2$  i 1 mol soli sodowej diestru kwasu fosforowego o wzorze  $/C_{22}H_{45}O$ .  $/CH_2CHOHCH_2O/_3$  PO  $/ONa/_2$  i 2 mol soli sodowej diestru kwasu fosforowego o wzorze

Otrzymana mieszanina związków bez rozdzielenia może być stosowana jako składnik środków piorących, myjących, czyszczących, antyelektrostatycznych, zmiękczejących, inhibitorów korozji i innych.

Przykład II. Do resktora ze stali kwasoodpornej zaopatrzonego w element grzewczo-chłodniczy, termometr, mieszadło mechaniczna i bałkotkę doprowadzającą gaz obojętny /CO<sub>2</sub> lub N<sub>2</sub>/ wprowadza się 6 moli nonylofenolu. Mieszając zawartość reaktora w obecności dwutlenku węgla ogrzewa się do temperatury 343 K i dozuje do niego w czasie 1,5 godziny 6 moli 2,3-epoksypropanolu-i. Temperaturę egzotermicznej reakcji utrzymuje się w granicach 353 - 363 K przez odpowiednią szybkość dozowania glicydolu i pośradnie chłodzenie zawartości reaktore wodę. W przypadku naglego wzrostu temperatury do ponad 373 K do reaktora wprowadza się bezpośrednio niewielką ilość wody, która hamuje lub zatrzymuje proces eteryfikacji nonylofenolu na drodze zamiany 2,3-epoksypropenolu i na propano-1,2,3-triol. Fo wprowadzeniu całaj ilości glicydolu proces eteryfikacji prowadzi się jeszcze przez 2,5 godziny. Następnie mieszając zawartość resktora za pomocą mieszadła mechanicznego oraz bełkotki z dwutlenkiem węgla wprowadza się O,1 mole kwasu p-toluenosulfonowego i  $P_2O_5$  rozpuszczony w 85% wodnym roztworze  $H_3PO_4$  w takiej iloáci, która daje 2 mole kwasu trójpolifosforowego  $/P_2O_5$  +  $H_3PO_4$  +  $H_2O$  =  $H_6P_3O_{10}/$ . Proces estryfikacji prowedzi się w temperaturze 373 – 383 K przez 5 godzin. Regulację temperatury prowadzi się przez odpowiednie chłodzenie resktora. Otrzymany z wydajnoście ponad 95% monoester kweeu fosforowego i eteru nonylofenyloglicerynowego o wzorze  $C_9^{\rm H}{}_{19}$  -  $C_6^{\rm H}{}_4$  - 0 -  $C_6^{\rm H}{}_2^{\rm CHOHCH}{}_2^{\rm OPO}$ /OH/2 może być stosowany jeko podstawowy składnik kwaśnych środków pioręcych, środków do usuwania kamienia wodnego, mlecznego i moczowego w instalacjach oraz urzędzeniach przemysłowych, komunalnych i w gospodarstwach domowych, gdyż wykazuje jednocześnie własności myjące, kompleksujące, inhibitujące, zwilżające i penetrujące, w wyniku czego następuje rozpuszczenie różnego typu osadów w postaci tzw. kamieni.

Przykład III. Do reaktora ze stali kwasoodpornej zaopatrzonego w mieszadło mechaniczne, element grzewczy, pławzcz chłodniczy, bełkotkę doprowadzającę gaz obojętny, termometr, dozownik i chłodnicę zwrotną wprowadza się 9 moli oksyctylerowanego i oksypropylanowanego nonylofanolu o średniej masie częsteczkowej odpowiadającej wzorowi  $c_9H_{19} - c_6H_4 - 0 - /c_2H_4O/8 - /c_3H_6O/7 - H.$  w obecności obojętnego gazu zawartość reaktora miesza się i ogrzewa do temperatury 323 K. Następnie w czasie 2 godzin do reaktore wkrapla się 18 moli 2,3-spoksypropanolu-i utrzymując przez odpowiednią szybkość dozowania i chłodzenie reaktora temperaturę egzotermicznej reakcji eteryfikacji i poliaddycji w granicach nie przekraczających 368 K. Po wprowadzeniu całej ilości glicydolu proces prowadzi się jeszcze w tej samej temperaturze przez 2 godziny, a następnie wprowadza się do reaktora stopniowo pięciotlanek fosforu rozpuszczony w 85 % kwasie ortofosforowym w ilości odpowiadającej 3 molom kwasu trójpolifosforowego. Temperaturę egzotermicznej reakcji estryfikacji prowadzi się w granicach nie przekraczających 403 K w obecności dwutlenku węgla przez 4,5 godziny. Z kolei zawertość reektora chłodzi się do temperatury 313 - 323 K i dodaje 9 moli trietanoloaminy. Z wydajnością ponad 98% otrzymuje się sól trietanolomninową monoestru kwasu fosforowago i poliglicydolopolioksypropylenopolioksystyleno-nonylofenolu o średniej masie częsteczkowej odpowiadającej wzorowi C9H19-C6H4-0-/C2H4O/8-/C3H6O/7-/CH2CHOHCH2O/2-PO/OH/2N/CH2CH2OH/3.

Otrzymany produkt wykazuje bardzo dobre własności zwilzające, antyslektrostatyczne, zmiękczające wodą i wyroby włókiennicze, antykorozyjne i ochronne na skórę. Moze być stosowany jako cenny składnik ciekłych środków piorących, myjących, antyelektrostatycznych, zwilżających, środków do usuwania kamienia wodnego i mlecznego, środków do czyszczenia dywanów, dywanowych wykładzin podłogowych i obić tapicarskich.

Przykład IV. Do reaktora kwasodpornego wyposazonego w mieszadło mechaniczne, element grzewczy, płaszcz chłodniczy, termomatr, dozownik, chłodnicą zwrotną i bełkotkę doprowadzającą gaz obojętny / $co_2$  lub  $N_2$ / wprowadza się 6 moli heksatriakontanoaminy i 30 moli toluenu z zdyspargowaną w nim O,1 mola KOH. Zawartość reaktora miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego i bełkotki z dwutlenkiem węgla oraz ogrzewa do temperatury 313 K. Następnie wkrapia się stopniowo w czasie 2 godzin 90 moli 2,3-epoksypropanulu-1. Temperaturę egzotermicznej reakcji utrzynuje się w granicach 358 – 363 K przez odporiednią szybkość dozowania glicydolu oraz intensywność chłodzenia reaktora. Po wkropleniu całej ilości glicydolu masę reakcyjną miesza się jeszcze przez 1,5 godziny i wprowadza stopniowo w czesie 2 godzin 2 mole  $P_2O_5$  zdyspergowanego w 10 molecn toluenu oraz 0,2 mole soli sodowej fosforanu monooktadecylowego. Zawartość reaktora w obecności gezu obojętnego miesza się jeszcze przez 4 godziny w temperaturze nie przekraczającej 368 K. Z kolei zawartość reaktora chłodzi się do temperatury 308 - 318 K i w tej temperaturza zobojętnia za pomocą zdyspargowanago w toluania KOH do pH + 7. Z otrzymanego produktu odpędza się pod zmniejszonym ciśnieniem rozpuszczalnik - toluen. Z wydajnością ponad 97% otrzymuje się produkt będący mieszaniną soli potasowych mono- oraz diestrów kwasu fogforowego i poliglicydolowych pochodnych heksatriakontanoaminy. Produkt może być stosowany bezpośrednio lub w kompozycji z innymi substancjami jako wielofunkcyjny składnik środków pioręcych, pomocniczych do prania, myjących, czyszczących, saulgujących, dyspargujących i antykorozyjnych.

Przykład V. Do reaktora ze stali kwasodpornej zaopatrzonego w mieszadłu mechaniczne, element grzewczy, płaszcz chłodniczy, termometr, dozownik, chłodnicę zwrotnę i bełkotkę doprowadzającą gaz obojętny /N2 lub CO2/ wprowadza się 3 mole kwasu rycynowego o wzorza CH2/CH2/6CHOHCH2CH = CH/CH2/6COH. Mieszając zawartość reaktora ogrzewa się w atmosferza gazu ebojętnego do temperatury 313 K i w czesia 3 godzin dozuje się 210 moli 2,3-epoksyprepanolu = 1. Temperaturę egzotermicznej reakcji utrzymuje się w granicech 343 = 353 K przez odpowiednię szybkość dozowania glicydolu i efektywność chłodzenia. Po wprowadzaniu całej ilości glicydolu proces syntezy prowadzi się jeszcze przez 0,5 godziny, a następnie wprowadza się do reaktora pięciotlenek fosforu rozpuszczony w kwasie fosforowym w ilości odpowiadającej i molowi kwasu trójpolifosforowego oraz 0,1 mola kwasu p-toluenosulfonowego. Proces katalitycznej estryfikacji prowadzi się w temperaturze 353 = 363 K w stmosferze gazu obojętnego przez 4 godziny, Mastępnie zawartość reaktora chłodzi się do temporatury 308 = 318 K i zobojętnia za

posoce 20% wodnego roztworu Mil4OH do pH = 7,0 = 8,0.

Otrzymany z wydajnością ponad 99% produkt może być bez oczyszczenia stosowany jako składnik środków pioręcych, myjących i czyszczących.

Przykłed VI. Do reaktore kwesoodpornego wyposażonego w mieszadło mechaniczne, element grzewczy, płaszcz chłodniczy, termometr, dozownik, chłodnicą zwrotną i bełkotką doprowadzającą gez obojętny /CO<sub>2</sub> lub N<sub>2</sub>/ wprowadza się 1 mol amidu kwasu etearynowego o wzorze CH<sub>2</sub>/CH<sub>2</sub>/<sub>16</sub> CONH<sub>2</sub> oraz 500 g banzyny lakowej i zdyspergowenej w niej 10 g NaOH. Zawartość reaktora miesza mię w obecności gazu obojętnego i stopniowo wprowadza 1 mol 2,3-epokaypropanolu-1, utrzymując temperaturą egzotermicznej reakcji w granicach nie przekraczających 363 K. Po zakończeniu dozowania glicydolu, zawartość reaktora miesza się jeszcze przez 2 godziny, m następnie dodaje P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> rozpuszczony w kwasie fosforowym w ilości odpowiadającej 1 molowi H<sub>8</sub>P<sub>3</sub>O<sub>10</sub>. Proces estryfikacji prowadzi się przez 3 godziny w temperaturze nie przekraczającej 373 K. Następnie zawartość reaktora chłodzi się do temperatury niższej od 323 K i zobojętnia otrzymany monoester kwasu ortofosforowego 4 molami monoestanolominy. Następnie pod zmniejszonym ciśnieniem odpędza się rozpuszczalnik organiczny. W wyniku przeprowadzonego trójstadiowego procesu syntezy otrzymuje się z wydajnościę poned 97% anionowy związek powierzchniowo czynny o średnim ciężarze częsteczkowym odpowiadającym wzorowi CH<sub>3</sub>/CH<sub>2</sub>/<sub>16</sub>CONHCH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>O-PO/CHH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH/<sub>2</sub>.

Otrzymany produkt wykazuje dobre własności ochronne względem skóry ludzkiej, w stosunku do materiałów konstrukcyjnych mytych i czyszczonych powierzchni oraz wysoką zdolność do obniżania oporności właściwaj pranych w nim wyrobów z włókien syntatycznych i mieszanin.

VII. Do reektora ze stali kwasoodpornej zaopatrznnego w mieszadło Przykład mechaniczne, element grzewczy, płaszcz chłodniczy, termometr, dozownik, chłodnicę zwrotnę i bełkotką doprowadzającą gaz obojętny  $/\text{CO}_2$  lub  $\text{N}_2/\text{ wprowadza się 700 kg monoetanolosmidów kwatów$ oleju kukosowego - bezwodnych lub o zawertości wody mniejszej od 0,4% weg. i 10 kg kwasu fosforowego. Mieszając zawartość reaktore podgrzewa się do temperatury 313 K w checności gazu obojętnego i vkrapla w czasie 2 godzin 300 kg 2,3-epokaypropanolu-1. Temperaturę eczotermicznej rankcji utrzymuje się w granicach 348 - 358 K przez odpowiednią szybkość dozowania glicydolu 1 efektywne chłodzenie reaktora. Po wkropleniu całej ilości glicydolu, zawartość reaktora w atmosfe-ze azotu miesza się jeszcze przez 2 godziny, a następnie w tej samej temperaturze wprowadza się pięciotlanak forforu rozpuszczony w kwasie fosforowym w ilości odpowiadającej 260 kg M.P.O. Proces estryfilacji prowadzi się przez 4 godziny, a następnie zawartość reaktora chłodzi się do temperatury miższej od 323 K i zobojętnia masę poreakcyjnę 40% wodnym roztworms NaOH do pH = 8 = 9. lączna wydajność procesu syntezy anio-lowych związków powiarzchniowo czynnych, wyliczona z bilansu masowago oraz oznaczenia liczby hydroksylowej, grup epoksydowych i liczby kwasowej wynosi ponad 96%. Produkt stanowi mieszaninę związków chemicznych odpowiadających w przybliżeniu ogólnemu wzorowi RCONH - CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O - /CH<sub>2</sub>CHOHCH<sub>2</sub>O/<sub>2</sub> - PO /DNa/<sub>2</sub>, gdzie R stanowi rodnik węglowodoromy kwasów oleju kołosowago.

Produkt bez oczys:czenie może być stosowany pojedyńczo lub w kompozycji z innymi substercjani jako środek pioręcy, myjący, antyelektrostatyczny, antykorozyjny, ochronny, zmięk-czający wodę i tkaniny.

#### Zestrzezenii patentowa

1. Speech wyimerzenie nowych zwięzkow powierzchniowo czynnych a wzcrze ogólnya, / R/CH\_CHOHCH\_C/n /k PO/OM/3-k, w którym k  $\tau$  1-7, n = 1-100, M stanowi atos wodoru, atos matelu alkalicznego, grupę amonowe, kation mino-, di - lub trietanolominy, natomiast R oznacza R<sub>1</sub> - 0 -, gdzie R<sub>1</sub> stanowi alkił C<sub>1</sub> - C<sub>3/3</sub>, hydroksyskił C<sub>8</sub> - C<sub>36</sub>, alkilomyl o 8-42 stomach wegla, lub R<sub>2</sub> - 0 - /C<sub>8</sub>H<sub>2m</sub>O/<sub>2</sub>-, gdził z + 1 - 50, m = 2 - 4, s R<sub>2</sub> stanowi alkił C<sub>1</sub> - C<sub>24</sub> lub hydroksyskił C<sub>1</sub> - C<sub>24</sub> lub al:ilomyl o ? - 42 stomach węgle, lub F<sub>2</sub> - 0 - /C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O/<sub>r</sub> - /C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O/<sub>p</sub> -, gdzie r = 1 - 10, p = 1 - 40, s R<sub>2</sub> ms wyzej podane znaczenie, lub R<sub>3</sub> - NH - , 2:1/16 R<sub>3</sub> stanowi alkił C<sub>4</sub> - C<sub>36</sub> Jub hydroksysłkił C<sub>4</sub> - C<sub>36</sub>, lub R<sub>3</sub> - Ne, gdzie R<sub>1</sub> ne wyżej podane

 $\int /C_{\rm m}H_{23}O/_{\rm x} = J_2$ , gdzie x = 1 - 25, a R3, m nają wyżej podane znac;enie, lub R3 - COO- lub R3-CONH - lub R3-CON= lub R3 - CONHCH2CH2O - lub R3 - CONH/C2H4O/ $_{\rm z}$  - lub R3 - CON/CH2CH2O-/2 lub R3-CON  $_{\rm z}$  /C2H4O/ $_{\rm x}$  J2, gdzie R3, x, z nają wyżej podane znaczenie, z n a m i e n n y t y m, że w środowisku bezwodnym i bez rozpuszczalnika organicznego lub w obojętnym rozpuszczalniku organicznym na związki o wzorze ogólnym RH $_{\rm k}$ , gdzie R, k naję wyżej podane znaczenie, działa się w obecności lub bez obecności katalizatora 2,3-epoknypropanolam-1, następnie  $P_2O_5$  lub  $P_2O_5$  rozpuszczonym w  $H_3PO_4$ , a otrzymane estry kwasu fosforowago nie zobojętnia się lub neutralizuje się wodorotlenkiem netalu alkalicznego lub amonu, względnie mono-, di- lub trietanologminę.

- 2. Sposób według zastrz.i, z n e m i e n n y t y m, że jako katalizatory eteryfikacji, estryfikacji i poliaddycji glicydolu stosuje się kwasy lub zasady lub sole metali.
- 3. Sposób według zastrz.i, z n a m i e n n y t y m, że jako katalizatory estryfikacji pięciotlenkiem fosforu w stanin wolnym lub rozpuszczonym w kwasie fosforowym stosuje się kwasy organiczne i nieorganiczne oraz monoalkilofosforany.
- 4. Sposób według zastrz.1, z n s m i e n n y  $\,$  t y m, że jako obojętne rozpuszczelniki organiczne stosuje się benzen i jego pochodne, węglowodory alifatyczne o temperaturach wrzenia 363 423 K, ketony i estry.

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

#### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS
□ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
□ FADED TEXT OR DRAWING
□ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
□ SKEWED/SLANTED IMAGES
□ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
□ GRAY SCALE DOCUMENTS
□ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
□ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

#### IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.